

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Masahiro USUKI, et al.

GAU:

SERIAL NO: New Application

EXAMINER:

FILED: Herewith

FOR: PROCESS FOR PRODUCING VINYL CHLORIDE-BASED POLYMER

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number \_\_\_\_\_, filed \_\_\_\_\_, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e):  
Application No. \_\_\_\_\_ Date Filed \_\_\_\_\_
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2003-029559	February 6, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number \_\_\_\_\_  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. \_\_\_\_\_ filed \_\_\_\_\_; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s) \_\_\_\_\_  
☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

  
\_\_\_\_\_  
Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

C. Irvin McClelland  
Registration Number 21,124

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年    2 月    6 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 0 2 9 5 5 9  
Application Number:  
[ST. 10/C] :                      [ J P 2 0 0 3 - 0 2 9 5 5 9 ]

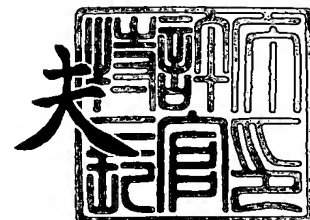
出      願      人                      信越化学工業株式会社  
Applicant(s):



2 0 0 3 年    8 月 2 2 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号    出証特 2 0 0 3 - 3 0 6 8 9 9 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 P011359-0

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C08F 14/06  
C08F 2/18

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社 塩ビ・高分子技術研究所内

【氏名】 薄 雅浩

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田 1 番地 信越化学工業株式会社 塩ビ・高分子技術研究所内

【氏名】 天野 正

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100084308

【住所又は居所】 東京都千代田区神田小川町 3 - 6 日本分譲住宅会館ビル 岩見谷国際特許事務所

【弁理士】

【氏名又は名称】 岩見谷 周志

【電話番号】 03-3219-6741

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 043579

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9102447

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 塩化ビニル系重合体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

塩化ビニル単量体、又は塩化ビニル単量体及びこれと共重合可能な単量体の混合物を水性媒体中で重合し、塩化ビニル系重合体を製造する方法であって、還流コンデンサー付き重合器を用い、重合率が30%～50%の範囲にあるときに、消泡剤として、重量平均分子量が150万～200万、及び、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのモル比が78/22～82/18である共重合ポリエーテルの水溶液を、共重合ポリエーテルとして、仕込んだ塩化ビニル単量体100重量部に対して0.001重量部～0.008重量部添加することを特徴とする、塩化ビニル系重合体の製造方法。

【請求項 2】

さらに、重合率が60%以上に達した時点以降の単位時間あたりの総除熱量に対する還流コンデンサーの除熱量の割合が30%以上である、請求項1に記載の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、塩化ビニル系重合体の製造方法に関するものであって、塩化ビニル系重合体を還流コンデンサー付き重合器内で重合する場合に、該還流コンデンサーによる除熱に伴って起こる重合反応液の発泡を抑制し、品質を悪化させることなく目的の塩化ビニル系重合体を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

塩化ビニル系重合体の製造においては、生産性向上の目的で重合時間の短縮が進められてきている。その手段の一つとして、重合反応熱の除熱量を大幅に増大するために、重合缶ジャケットと還流コンデンサーを併用して重合反応熱を除熱する方法が用いられている。

**【0003】**

しかし、塩化ビニル系重合体の製造が、水性媒体中の懸濁重合法であって、かつ分散剤に界面活性を有する水溶性物質（例えば、部分鹸化ポリビニルアルコールやセルロースエーテル）を用いた場合には、あるレベル以上に還流コンデンサーによる除熱を行うと、重合反応液の発泡が起こり、粒度分布、ポロシティ、嵩比重等の目的とする一定の品質を有する重合体を得られないという問題が生じていた。

**【0004】**

また、さらに発泡が激しくなると、重合反応液がコンデンサー内まで吹き上げて重合体粒子がコンデンサー内に堆積し、再度、反応液中に混入するなどするため、上記の問題に加えて、成形フィルム中のフィッシュアイや異物の増加といった重合体品質の悪化を引き起こすという問題があった。

**【0005】**

一方、還流コンデンサーによる除熱に伴う発泡を抑制するには、エチレンオキシド／プロピレンオキシド共重合ポリエーテル（重量平均分子量：2000～9000）を消泡剤として添加する方法が知られている。特公昭57-17003号公報には、前記共重合ポリエーテルを塩化ビニルに対して0.5～200ppm程度添加することにより、重合反応液の発泡を抑え、フィッシュアイの増加等の品質の悪化を抑制する方法が記載されている。

しかし、本発明者らが検討を行った結果、この方法においては、得られた重合体の嵩比重、体積電気抵抗率等の品質が悪化する場合があることが分かった。

**【0006】****【発明が解決しようとする課題】**

本発明の課題は、塩化ビニル系重合体の製造において、重合反応熱の除熱量増大のために還流コンデンサーを使用して重合反応を行なった場合に、重合率60%以降の重合体スラリーの発泡を抑制し、かつ得られた塩化ビニル系重合体の嵩比重、体積電気抵抗率等の品質にも悪影響を与えることのない、塩化ビニル系重合体を製造できる方法を提供することである。

**【0007】**

**【課題を解決するための手段】**

上記課題を解決するために、本発明は、塩化ビニル単量体、又は塩化ビニル単量体及びこれと共重合可能な単量体の混合物を水性媒体中で重合し、塩化ビニル系重合体を製造する方法であって、還流コンデンサー付き重合器を用い、重合率が30%～50%の範囲にあるときに、消泡剤として、重量平均分子量が150万～200万、及び、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのモル比が78/22～82/18である共重合ポリエーテルの水溶液を、共重合ポリエーテルとして、仕込んだ塩化ビニル単量体100重量部に対して0.001重量部～0.008重量部添加することを特徴とする、塩化ビニル系重合体の製造方法を提供する。

さらに、重合率が60%以上に達した時点以降の単位時間あたりの総除熱量に対する還流コンデンサーの除熱量の割合が30%以上である上記製造方法をも提供する。

**【0008】****【発明の実施の形態】**

以下、本発明について詳述する。

**<単量体>**

本発明で用いられる単量体原料は、塩化ビニル単量体、又は塩化ビニル単量体を主成分とする単量体混合物である。この塩化ビニル単量体を主成分とする単量体混合物は、少なくとも50重量%以上、好ましくは80重量%以上の塩化ビニル単量体と、塩化ビニル単量体と共重合可能な他の単量体とからなる混合物である。ここで用いられる塩化ビニル単量体と共重合可能な他の単量体としては、例えば、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル等のビニルエステル；（メタ）アクリル酸メチル、（メタ）アクリル酸エチル等の（メタ）アクリル酸エステル；エチレン、プロピレン等のオレフィン；無水マレイン酸；アクリロニトリル；スチレン；及び塩化ビニリデン等の単量体が挙げられる。これらの単量体は、一種単独で用いても、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

**【0009】****<消泡剤>**

本発明では、重量平均分子量が150万～200万、好ましくは170万～200万、及び、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのモル比が78/22～82/18である共重合ポリエーテルを消泡剤として使用する。

前記分子量が150万未満であると、重合系に生じた泡の界面張力を低下させて破泡する作用が小さくなるので、消泡効果が十分でなく、使用量を増大させる必要が生じ、得られる重合体の品質に影響を及ぼすという問題がある。また、200万を超えると、重合体スラリーが増粘するという傾向が生じるために消泡効果が低下してしまう。

#### 【0010】

前記共重合ポリエーテルは、仕込み塩化ビニル単量体に対して、0.001～0.008重量部、好ましくは0.003～0.008重量部を使用し、重合反応系に水溶液として添加される。

仕込み塩化ビニル単量体に対する共重合ポリエーテルの使用量が、0.001重量部未満であると、消泡効果を生じさせることができない。また、0.008重量部を超えると、重合体スラリーが増粘するために消泡効果は低下する。

該共重合ポリエーテルは、濃度が、通常、0.1～10重量%、好ましくは0.5～3重量%の水溶液として、重合反応系に添加する。

#### 【0011】

前記消泡剤、即ち、共重合体ポリエーテル水溶液は、重合率が30～50%の範囲内であるときに添加されることが必要である。前記添加時期が、重合率30%になる前の時点である場合は、重合体の粒子形成が不十分な時期であるため、添加により粒度分布に悪影響を与えるという問題がある。また、還流コンデンサーによる除熱を行なう重合反応の場合、重合率が50%を超えている時点では、すでに、重合体スラリーの発泡が始まっているため、消泡剤が泡に付着するだけで反応液全体には十分に行き渡らず、消泡効果は発現されにくくなる。

#### 【0012】

<還流コンデンサーによる除熱>

塩化ビニル単量体（又は、塩化ビニル単量体混合物）をジャケット付重合反応器に仕込んだ後、ジャケットに温水を供給することにより重合反応が開始される



。重合反応開始後は、ジャケットに冷水を供給して、重合反応温度を一定に維持する。ジャケットによる除熱に加えて、重合率が20%程度に達した段階で、還流コンデンサーへの冷水の供給を開始する。そして、重合率が60%以上に達した時点で、以降の単位時間あたりの総除熱量に対する還流コンデンサーの除熱量の割合を30%以上となるようにすることにより、重合反応系の除熱効率を効果的に高めることができる。

### 【0013】

#### <分散剤>

前述の塩化ビニル、又は塩化ビニルを含む単量体混合物を水性媒体中で重合する場合に使用される分散剤は、特に限定されず、従来の塩化ビニル系重合体の製造に使用されるもので差し支えない。この分散剤としては、例えば、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース等の水溶性セルロースエーテル；水溶性部分鹸化ポリビニルアルコール；アクリル酸重合体；ゼラチン等の水溶性ポリマー；ソルビタンモノラウレート、ソルビタントリオレート、グリセリントリステアレート、エチレンオキシド-プロピレンオキシドブロック共重合体等の油溶性乳化剤；及びポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート、ポリオキシエチレングリセリンオレート、ラウリン酸ナトリウム等の水溶性乳化剤等が挙げられる。これらは、一種単独で用いても、二種以上を組み合わせ用いてもよい。

### 【0014】

#### <重合開始剤>

さらに、使用される重合開始剤は、特に限定されず、従来の塩化ビニル系重合体の製造に使用されるもので差し支えない。この重合開始剤としては、例えば、ジイソプロピルパーオキシジカーボネート、ビス(2-エチルヘキシル)パーオキシジカーボネート、ジエトキシエチルパーオキシジカーボネート等のパーオキシカーボネート化合物；tert-ブチルパーオキシピバレート、tert-ヘキシルパーオキシピバレート、tert-ブチルパーオキシネオデカネート、 $\alpha$ -クミルパーオキシネオデカネート等のパーオキシエステル化合物；アセチルシクロヘキシルスルホニルパーオキシド、2, 4, 4-トリメチルペンチル-2-

パーオキシフェノキシアセテート、3, 5, 5-トリメチルヘキサノイルパーオキシド等の過酸化物; アゾビス (2, 4-ジメチルバレロニトリル)、アゾビス (4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル) 等のアゾ化合物; 過硫酸カリウム; 過硫酸アンモニウム; 及び過酸化水素等が挙げられる。これらは、一種単独で用いても、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

#### 【0015】

##### <酸化防止剤>

また、使用される酸化防止剤は特に限定されず、塩化ビニル系重合体の製造に一般に使用されるもので差し支えない。この酸化防止剤としては、例えば、2, 2-ビス (4-ヒドロキシフェニル) プロパン、ヒドロキノン、p-メトキシフェノール、tert-ブチル-ヒドロキシアニソール、n-オクタデシル-3-(4-ヒドロキシ-3, 5-ジ-tert-ブチルフェニル) プロピオネート、tert-ブチルヒドロキノン、2, 5-ジ-tert-ブチルヒドロキノン、4, 4'-ブチリデン-ビス (3-メチル-6-tert-ブチルフェノール)、3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシトルエン、2, 2'-メチレン-ビス (4-エチル-6-tert-ブチルフェノール)、トリエチレングリコール-ビス [3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート]、ペンタエリスリチル-テトラキス [3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル) プロピオネート]、2, 6-ジ-tert-ブチル-4-sec-ブチルフェノール、2, 6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール、4-tert-ブチルカテコール、4, 4'-チオビス (6-tert-ブチル-m-クレゾール)、トコフェロール、ノルジヒドログアイアレチン酸等のフェノール化合物; セミカルバジド、1-アセチルセミカルバジド、1-クロロアセチルセミカルバジド、1-ジクロロアセチルセミカルバジド、1-ベンゾイルセミカルバジド、セミカルバゾン等のセミカルバジド誘導体; カルボヒドラジド、チオセミカルバジド、チオセミカルバゾン等のチオカルバジドの誘導体; N, N'-ジフェニル-p-フェニレンジアミン、4, 4'-ビス (2, 4-ジメチルベンジル) ジフェニルアミン等のアミン化合物; 4-ニトロアニソール、N-ニトロソジフェニルアミン、4-ニトロアニリン

、N-ニトロソフェニルヒドロキシリルアミンアルミニウム塩等のニトロ化合物又はニトロソ化合物；トリフェニルホスファイト、ジフェニルイソデシルホスファイト、フェニルジイソデシルホスファイト、4, 4'-ブチリデンービス（3-メチルー6-tert-ブチルフェニル）ジトリデシルホスファイト）、サイクリックネオペンタンテトライルビス（オクタデシルホスファイト）、トリス（ノニルフェニル）ホスファイト、トリス（ジノニルフェニル）ホスファイト等のリン化合物；スチレン、1, 3-ヘキサジエン、 $\alpha$ -メチルスチレン等の不飽和炭化水素化合物；及びジラウリルチオジプロピオネート、ジミリスチルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネート、ドデシルメルカプタン、1, 3-ジフェニルー2-チオ尿素等の硫黄化合物等が挙げられる。

#### 【0016】

中でも、得られる重合体の抗初期着色性（重合体を成形加工した際に着色が生じにくい性質）が良好で、重合器へのスケール付着が少ない点で、3, 5-ジtert-ブチルー4-ヒドロキシトルエン、トリエチレングリコールービス〔3-（3-tert-ブチルー5-メチルー4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート〕、tert-ブチルヒドロキシアニソール、tert-ブチルヒドロキノン、2, 6-ジtert-ブチルー4-sec-ブチルフェノール及びオクタデシル-3-（3, 5-ジtert-ブチルー4-ヒドロキシフェニル）プロピオネートが好ましい。これらは、一種単独で用いても、二種以上を組み合わせ用いてもよい。

#### 【0017】

##### <その他の任意成分>

本発明の方法において、必要に応じて、塩化ビニル系重合体の製造に一般的に使用されている重合度調整剤、連鎖移動剤、ゲル化改良剤、帯電防止剤等を適宜使用してもよい。また、酸化防止剤を重合反応の制御、生成した重合体の劣化防止等の目的で、重合開始前、重合中あるいは重合終了後に重合系に添加してもよい。

#### 【0018】

##### <その他の条件>

また、重合における他の条件、例えば、重合器への水性媒体、塩化ビニル単量体又は塩化ビニル単量体を含む単量体混合物、分散助剤、重合開始剤等の仕込み方法、仕込み割合、並びに重合温度等は従来の条件と同様で差し支えない。

### 【0019】

#### 【実施例】

以下、本発明を実施例により詳細について説明するが、本発明はこれにより限定されるものではない。

なお、重合率は、予め重合を行い重合時間と重合率との関係を求めた結果を基準とする。

即ち、内容積  $2\text{ m}^3$  のステンレス製重合器内に、所定量の脱イオン水、所定の種類及び量の分散剤を仕込んだ後、重合器の内圧が  $8\text{ kPa} \cdot \text{abs}$  ( $60\text{ mmHg}$ ) となるまで脱気した後、所定量の塩化ビニル単量体を仕込んだ。その後、攪拌しながら所定の種類及び量の重合開始剤を仕込み、同時に昇温を開始し、重合器内温度が  $57.0^\circ\text{C}$  に達した段階で、その温度を保ち重合を続けた。

昇温開始1時間後に亜硝酸ナトリウムの10重量%水溶液を添加し重合を完全に停止させ、未反応単量体を回収した。重合体スラリーを脱水、乾燥して得られた塩化ビニル重合体の全量を秤量し、下記式により昇温開始1時間後における重合率を求めた。

昇温開始1時間後における重合率 (%) =

$$(\text{乾燥後塩化ビニル重合体量} / \text{仕込み塩化ビニル単量体量}) \times 100$$

同様にして、昇温開始の後、1.5、2、2.5、3、3.5、4、4.5及び5時間後の30分毎の各々の重合率を算出して、重合時間と重合率の関係を求めた。

この重合時間と重合率の関係は、所要の重合開始剤の種類及び添加量、並びに所定の重合温度について毎々作成した。

なお、塩化ビニル単量体及びこれと共重合可能な単量体から共重合体を得る場合においても、予め上記と同様にして、重合時間と重合率の関係を求める。

### 【0020】

#### 〔実施例1〕

還流コンデンサー及び静電容量式泡センサーを付した内容量  $2\text{ m}^3$  のステンレ

ス製重合器に脱イオン水 980 kg、鹸化度が 80.5 モル% の部分鹸化ポリビニルアルコール 382 g、並びにメトキシ置換度が 28.5 重量% 及びヒドロキシプロピル置換度が 8.9 重量% のヒドロキシプロピルメチルセルロース 143 g を仕込んだ。次いで、重合器内の内圧が 8 kPa・abs (60 mmHg) となるまで脱気した後、塩化ビニル単量体 700 kg を仕込んだ。攪拌しながら、重合開始剤としてビス(2-エチルヘキシル)パーオキシジカーボネート 350 g を仕込み、同時にジャケットに温水を通して昇温を開始し、重合器内が 57.0℃ まで昇温したところで、その温度を保ち重合を続けた。次いで、重合率が 30% になった時点において、還流コンデンサーへの冷却水の供給を開始し、還流コンデンサーによる除熱量が、重合率 40% の時点で 250 mJ/hr となるまで、除熱量を上昇させ、その後は、その除熱量を維持して反応を継続した。

次に、重合率が 50% に到達した時点で、消泡剤として、重量平均分子量が 150 万であり、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのモル比が 80/20 である共重合ポリエーテル(商品名: CP2000、住友精化(株)製)の 2% 水溶液を 1.75 kg 添加した。なお、単位時間あたりの総除熱量に対する還流コンデンサーの除熱量割合の最大は、重合率が 75% の時点で、55% であった。上記の除熱量を保ったまま、重合器内の圧力が 0.588 MPa・G (4,410 mmHg) に降圧した時点(重合率 86%)まで反応を行い、その後、重合器内にトリエチレングリコール-ビス[3-(3-tert-ブチル-5-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]の 30% 水性分散液を 700 g 添加し、未反応の単量体を回収した。得られた重合体スラリー中に 25% アンモニア水 200 g を添加して pH を調整後、重合体スラリーを脱水及び乾燥することにより、塩化ビニル重合体を得た。

#### 【0021】

ここで得られた重合体の #100 パス量(重量%)、嵩比重、体積電気抵抗率及び泡レベルを表 1 に示す。

#### 【0022】

[比較例 1~3]

実施例 1 と同様にして重合反応を行ない、重合率が 50% に到達した時点で、

表 1 に示した重量平均分子量、及びモル比の消泡剤を、同表に示した添加量で重合系に添加した以外は、実施例 1 と同様に行った。

実施例及び比較例に用いた消泡剤並びに重合により得られた重合体の粒度（＃100パス量（重量％））、嵩比重、体積電気抵抗率及び泡レベルを表 1 に示す。

### 【0023】

#### <消泡剤組成と重合結果>

【表 1】

	実施例 1	比較例 1	比較例 2	比較例 3
消泡剤（エチレンオキシド <sup>*</sup> /ブレンオキシド <sup>*</sup> 共重合ホリエーテル）		なし		
重量平均分子量	150 万		4000	4000
添加量（重量部/VCM*100 重量部）	0.005		0.005	0.02
エチレンオキシド <sup>*</sup> /ブレンオキシド <sup>*</sup> （mol%/mol%）	80/20		85/15	85/15
粒度（＃100 パス量（重量％））	30.8	35.5	30.3	27.5
嵩比重（g/ml）	0.524	0.519	0.545	0.555
体積電気抵抗率（ $\Omega \cdot \text{cm}$ ）	$4 \times 10^{13}$	$4 \times 10^{13}$	$1 \times 10^{13}$	$3 \times 10^{12}$
泡レベル（重合率が 60%の時点における液面から垂直上方向の距離）	20cm 以下	60cm 以上	20cm 前後	20cm 以下

（注）\* 表中、VCMは塩化ビニル単量体を意味する。

### 【0024】

#### [評価手法]

##### 泡レベル

泡センサーは、静電容量式液レベル計（センサー部直径 13 mm、SUS304 製）を用い、塩化ビニル系重合体の重合率が 60%である時点における液面の高さを基準として、垂直上方向への距離が 20 cm、40 cm及び 60 cmの 3

ヶ所の位置（なお、前記液面から重合器内壁面頭頂部までの距離は80cmである）に、壁面から中心に向かって水平方向に5cmの長さとなるように取り付けた。この泡センサーは、泡の接触により電圧値が出力されるようになっている。泡の接触の有無を電圧値として出力し、泡が接触しない場合、電圧値は0となる。

#### 【0025】

##### 粒度（#100パス量（重量%））

JIS Z8801の粒度分布測定法に準じて、#100の篩を通過した試料の重量%を求めた。

#### 【0026】

##### 嵩比重

JIS K6721に準じて測定した。

#### 【0027】

##### 体積電気抵抗率

重合体100g、ジオクチルフタレート（DOP）50g、鉛系安定剤3g及びバリウムステアレート（Ba-St）1gを混合し、145℃ロールにて1mm厚のシートとしたものを、さらに165℃×45KGプレスにて10mm厚に成形した板より試験片を作成し、JIS K6723の体積電気抵抗率測定法に準じて測定した。

#### 【0028】

##### <評価>

比較例1では、消泡剤を使用していないことから、泡レベルが60cm以上と高い。比較例2では、消泡効果が十分でなく、体積電気抵抗率が低い。また、比較例3では、消泡効果は、満足できるものの、得られる重合体の粒度が比較的大きく、さらに体積電気抵抗率が顕著に低い。

#### 【0029】

##### 【発明の効果】

本発明の方法によれば、還流コンデンサー付き重合器内において、塩化ビニル単量体、及び塩化ビニル単量体と共重合可能な単量体を水性媒体中で重合し、塩

化ビニル系重合体を製造するに際し、重合反応液が実質的には発泡することなく、かつ品質の安定した塩化ビニル系重合体を製造することができる。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

還流コンデンサーを使用して重合反応を行なった場合に、重合率 60% 以降の重合体スラリーの発泡を抑制し、かつ得られた塩化ビニル系重合体の品質にも悪影響を与えることのない、塩化ビニル系重合体の製造方法を提供する。

【解決手段】

塩化ビニル単量体、又は塩化ビニル単量体及びこれと共重合可能な単量体の混合物を水性媒体中で重合し、塩化ビニル系重合体を製造する方法であって、還流コンデンサー付き重合器を用い、重合率が 30%～50% の範囲にあるときに、消泡剤として、重量平均分子量が 150 万～200 万、及び、エチレンオキシドとプロピレンオキシドのモル比が 78/22～82/18 である共重合ポリエーテルの水溶液を、共重合ポリエーテルとして、仕込んだ塩化ビニル単量体 100 重量部に対して 0.001 重量部～0.008 重量部添加することを特徴とする、塩化ビニル系重合体の製造方法。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 2 9 5 5 9
受付番号	5 0 3 0 0 1 9 1 6 4 0
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0 0 9 5
作成日	平成 1 5 年 2 月 2 4 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 2月 6日
-------	-------------

次頁無

特願 2003-029559

出願人履歴情報

識別番号

[000002060]

1. 変更年月日

1990年 8月22日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名

信越化学工業株式会社

2. 変更年月日

2003年 4月11日

[変更理由]

名称変更

住所変更

住 所

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名

信越化学工業株式会社